

BIAXIALLY ORIENTED POLYESTER FILM

Patent Number: JP 61-261026
Publication date: 1986-11-19
Inventor(s): MASUDA, Shigeyoshi, et al
Applicant(s): TEIJIN LTD.
Application Number: JP 1985 0101542 1985 05 15

Abstract

PURPOSE: To obtain a film which is high-quality, applicable to a magnetic recording field and has flatness and a favorable pose of the rolled film, by possessing surface roughness in a specific range and a Young's modulus of more than a specific value.

CONSTITUTION: The surface roughness Ra of a film shown by the surface roughness at the center line is less than 0.015 μ m, which is desirable especially to be less than 0.008 μ m. The surface roughness RaTD of the film measured in a lateral direction is within a range of 1.05-1.30 times as much as surface roughness RaMD of the film measured in a longitudinal direction, which is desirable especially to be within the range of 1.10-1.25 times as much as that. A Young's modulus YMD in the longitudinal direction is more than 600 kg/cm² and a Young's modulus YTD in the lateral direction is within the range of 0.45-0.75 times as much as the Young's modulus YMD in the longitudinal direction. A base film which is capable of corresponding to high density recording of a magnetic recording medium and to increase in its quality by performing in this manner is made obtainable.

⑫ 公開特許公報(A)

昭61-261026

⑪ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和61年(1986)11月19日

B 29 C 55/12
G 11 B 5/704
// B 29 K 67:00
B 29 L 7:00

7446-4F
7350-5D

4F 審査請求 未請求 発明の数 1 (全10頁)

⑭ 発明の名称 二軸延伸ポリエステルフィルム

⑮ 特 願 昭60-101542

⑯ 出 願 昭60(1985)5月15日

⑰ 発 明 者 升 田 重 嘉 相模原市小山3-37-19 帝人株式会社プラスチック研究所内

⑱ 発 明 者 加 藤 秀 雄 相模原市小山3-37-19 帝人株式会社プラスチック研究所内

⑲ 出 願 人 帝 人 株 式 会 社 大阪市東区南本町1丁目11番地

⑳ 代 理 人 弁理士 前田 純博

明 細 書

ルム。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は二軸延伸ポリエステルフィルムに関し、更に詳しくはすぐれた平坦性と巻取性を兼備した二軸延伸ポリエステルフィルムに関する。

〔従来技術〕

二軸延伸ポリエステルフィルムは、その優れた性質の故に、磁気テープ用、電気用、写真用、メタライズ用、包装用等多くの用途で広く用いられている。とりわけ、その高い強度、弾性率等の特性の故に、磁気記録媒体、例えばビデオテープ、オーディオテープ、コンピュータテープ、フロッピーディスク等のベースフィルムとして広く用いられている。

これら用途分野は、近年、高密度記録化、商品質化の要求がますます高まり、これに伴ってベースとなるポリエステルフィルムには表面が平坦であることの要求がますます強く

1. 発明の名称

二軸延伸ポリエステルフィルム

2. 特許請求の範囲

1. 中心線表面粗さで表わされるフィルム表面粗さ R_a が $0.015 \mu m$ 以下であり、横方向に測定したフィルム表面粗さ R_{aTD} が縦方向に測定したフィルム表面粗さ R_{aMD} に対して $1.05 \sim 1.30$ 倍の範囲にあり、縦方向のヤング率 Y_{MD} が 600 kg/cm^2 以上であり、さらに横方向のヤング率 Y_{TD} が縦方向のヤング率 Y_{MD} に対して $0.45 \sim 0.75$ 倍の範囲にあることを特徴とする巻取性良好な二軸延伸ポリエステルフィルム。

2. フィルム対フィルムの摩擦係数 μ_s が 0.5 以上であり、横方向の摩擦係数 μ_{sTD} が縦方向の摩擦係数 μ_{sMD} に対して $0.80 \sim 0.98$ 倍の範囲にあることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の二軸延伸ポリエステルフィ

なっている。しかしながら、表面が平坦になるとフィルムをロール状に巻取る工程でのフィルムの巻取が著しく悪化し、巻取の良好なフィルムロールが得られにくいという問題がある。

フィルムロールの巻取欠点としては、①ロールに瘤状の突起が生じる、②フィルム縦方向に皺が生じる、③端面がずれる等があり、①はフィルムの滑り性が悪い場合に、②は瘤状の突起を防止する目的で張力を高くして巻取る時に、③は平坦なフィルムを巻き上げる時に、それぞれ生じやすい。

従つて、ベースとなるポリエステルフィルムには、平坦性と同時に、良好なフィルム巻取を得るために、滑り性にすぐれることが要求される。

従来、フィルムの易滑性を向上させる方法としてポリエステルに酸化ケイ素、炭酸カルシウム等の無機質粒子を添加する方法、又はポリエステルの合成時に重合系内でカルシウ

られる大粒径粒子のサイズが高級グレード化の要求品質に対して粗大であること、大粒子になればなる程フィルム表面の突起は高くなり、このために磁気記録媒体用途においての電磁変換特性が悪化してしまうこと、また、製造工程において高い突起部が削り落されドロップアウトの原因を引き起こすことにある。

従来技術では、上述のように、平坦性と易滑性とを同時に満たすことが難しい状況にあった。

〔発明の目的〕

本発明者は、上述の問題点を解決し、高級品質の磁気記録用途分野に適用可能な平坦性と良好なフィルム巻取とを兼備するフィルムを開発すべく鋭意研究した結果、フィルムの表面特性が特定の異方性を有すると、従来では不充分とされていた滑り性であつてもロールに巻き上げるときに良好な巻取が得られることを見出し、本発明に到達した。

本発明の目的は、磁気記録媒体の高密度記

録、リチウムあるいはリンを含む微粒子を析出せしめる方法が提案されている。いずれの方法もポリエステルを製膜した際に微粒子に由来してフィルム表面に突起を形成し、フィルムの易滑性を向上させるものである。

しかしながら、上記の如き微粒子による突起によつてフィルムの滑り性を改善する方法では、通常、フィルム表面を粗面化する程滑り性は向上するが、一方では該粗面化に起因して、例えば磁気記録媒体用途においては磁気塗料を塗布後の表面が粗れ電磁変換特性が悪化する傾向がある。

これらの相反する平坦性と易滑性とを解決する方策の一つとして大粒径の粒子と小粒径の粒子とを併存させる複合系無機粒子を利用する手段も数多く提案されている。しかしながら、これらの手段にも問題があり、そのままでは磁気記録媒体の高級グレード化例えば高密度化、高品質化等の要求に応じることが難しい。この理由は、複合系無機粒子に用い

れる大粒径粒子のサイズが高級グレード化の要求品質に対して粗大であること、大粒子になればなる程フィルム表面の突起は高くなり、このために磁気記録媒体用途においての電磁変換特性が悪化してしまうこと、また、製造工程において高い突起部が削り落されドロップアウトの原因を引き起こすことにある。

〔発明の構成・効果〕

本発明の目的は、本発明によれば、主たる特徴の、中心線表面粗さで表わされるフィルム表面粗さ R_a が $0.015 \mu m$ 以下であり、横方向に測定したフィルム表面粗さ R_{aTD} が縦方向に測定したフィルム表面粗さ R_{aMD} に対して $1.05 \sim 1.30$ 倍の範囲にあり、縦方向のヤング率 Y_{MD} が 600 kg/cm^2 以上であり、さらに横方向のヤング率 Y_{TD} が縦方向のヤング率 Y_{MD} に対して $0.45 \sim 0.75$ 倍の範囲にあることを特徴とする二軸延伸ポリエステルフィルムによつて達成される。

本発明でいうポリエステルは芳香族ジカル

ボン酸を主たる酸成分とし、脂肪族グリコールを主たるグリコール成分とするフィルム形成性芳香族ポリエステルである。

この芳香族ポリエステルは実質的に線状であり、そしてフィルム形成性特に熔融成形によるフィルム形成性を有する。芳香族ジカルボン酸とは、例えばテレフタル酸、ナフタレンジカルボン酸、イソフタル酸、ジフエノキシエタンジカルボン酸、ジフエニルジカルボン酸、ジフエニルエーテルジカルボン酸、ジフエニルスルホンジカルボン酸、ジフエニルケトンジカルボン酸、アンスラセンジカルボン酸等である。脂肪族グリコールとは、例えばエチレングリコール、トリメチレングリコール、テトラメチレングリコール、ペンタメチレングリコール、ヘキサメチレングリコール、デカメチレングリコールの如き炭素数2～10のポリメチレングリコールあるいはシクロヘキサジメタノールの如き脂環族ジオール等である。

ノン、レゾルシノール、2,2-ビス(4-ヒドロキシフエニル)プロパンの如き芳香族ジオール；1,4-ジヒドロキシメチルベンゼンの如き芳香族を含む脂肪族ジオール；ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、ポリテトラメチレングリコールの如きポリアルキレングリコール(ポリオキシアルキレングリコール)等であることもできる。

また、本発明でいうポリエステルには、例えばヒドロキシ安息香酸の如き芳香族オキシ酸； ω -ヒドロキシカブロン酸の如き脂肪族オキシ酸等のオキシカルボン酸に由来する成分を、ジカルボン酸成分およびオキシカルボン酸成分の総量に対し20モル%以下で含有するものも包含される。さらに本発明におけるポリエステルには実質的に線状である範囲の量、例えば全酸成分に対し2モル%以下の量で、3官能以上のポリカルボン酸又はポリヒドロキシ化合物、例えばトリメリフト酸、ペンタエリスリトールを共重合したものをも

本発明において、ポリエステルとしては例えばアルキレンテレフタレート及び／又はアルキレンナフタレートを主たる構成成分とするものが好ましい。かかるポリエステルのうちでも例えばポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレートはもちろんのこと、例えば全ジカルボン酸成分の80モル%以上がテレフタル酸及び／又はナフタレンジカルボン酸であり、全グリコール成分の80モル%以上がエチレングリコールである共重合体が特に好ましい。その酸全酸成分の20モル%以下のジカルボン酸は上記芳香族ジカルボン酸であることができ、また例えばアジピン酸、セバチン酸の如き脂肪族ジカルボン酸；シクロヘキサ-1,4-ジカルボン酸の如き脂環族ジカルボン酸等であることができる。また、全グリコール成分の20モル%以下は、エチレングリコール以外の上記グリコールまたは側鎖を有するポリメチレングリコールであることができ、あるいは例えばハイドロキ

包含される。

上記ポリエステルは、それ自体公知であり、且つそれ自体公知の方法で製造することができる。

上記ポリエステルとしては、 α -クロロフェノール中の溶液として35℃で測定して求めた固有粘度が約0.4～約0.9のものが好ましい。

本発明の二軸延伸ポリエステルフィルムは、そのフィルム表面に多数の微細な突起を有している。それらの多数の微細な突起はポリエステル中に分散して含有される多数の実質的に不活性な固体微粒子に由来する。

多数の不活性固体微粒子を含有するポリエステルは、通常ポリエステルの形成するための反応時、例えばエステル交換法による場合のエステル交換反応中あるいは重縮合反応中の任意の時期又は直接重合法による場合の任意の時期に、不活性固体微粒子(好ましくはグリコール中のスラリーとして)を反応系中

に添加することにより製造することができる。好ましくは、重合反応の初期例えば固有粘度が約0.3に至るまでの間に、不活性固体微粒子を反応系中に添加するのが好ましい。

不活性固体微粒子としては、本発明においては、好ましくは①二酸化ケイ素（水和物、ケイ酸土、ケイ砂、石英等を含む）；②アルミナ；③ SiO_2 分を30重量%以上含有するケイ酸塩（例えば非晶質或は結晶質の粘土鉱物、アルミノシリケート〔焼成物や水和物を含む〕、燧石結、ジルコン、フライアッシュ等）；④ Mg 、 Zn 、 Zr 及び Ti の酸化物；⑤ Ca 、及び Ba の硫酸塩；⑥ Li 、 Na 、及び Ca のリン酸塩（1水素塩や2水素塩を含む）；⑦ Li 、 Na 、及び K の安息香酸塩；⑧ Ca 、 Ba 、 Zn 、及び Mn のテレフタル酸塩；⑨ Mg 、 Ca 、 Ba 、 Zn 、 Cd 、 Pd 、 Sr 、 Mn 、 Fe 、 Co 及び Ni のチタン酸塩；⑩ Ba 、及び Pb のクロム酸塩；⑪炭素（例えばカーボンブラック、グラファイト等）；⑫ガラス（例えばガラス粉、ガラス

ビーズ等）；⑬ Ca 、及び Mg の炭酸塩；⑭ホタル石；及び⑮ ZnS が例示される。更に好ましくは、無水ケイ酸、含水ケイ酸、酸化アルミニウム、ケイ酸アルミニウム（焼成物、水和物等を含む）、磷酸リチウム、磷酸3リチウム、磷酸ナトリウム、磷酸カルシウム、硫酸バリウム、酸化チタン、安息香酸リチウム、これらの化合物の複塩（水和物を含む）、ガラス粉、粘土（カオリン、ベントナイト、白土等を含む）、タルク、ケイ酸土、炭酸カルシウム等が例示される。特に好ましくは二酸化ケイ素、炭酸カルシウムが挙げられる。

上記不活性固体微粒子は、いずれの場合にも体積形状係数(f)が $0.08 \sim \pi/6$ の範囲にあるものが好ましい。この体積形状係数(f)は次式によつて求める。

$$f = \frac{V}{D^3}$$

（ここで、 V は微粒子の体積であり、該体積は沈降法で求めたストークス平均粒径から算

出した球の体積値である。また D は微粒子の直径であり、該直径は微粒子の顕微鏡写真を用いて測定した各微粒子の最大値の相加平均値である。）

また、不活性固体微粒子は、その平均粒径が $0.02 \sim 0.6 \mu\text{m}$ 、更には $0.04 \sim 0.5 \mu\text{m}$ 、特に $0.06 \sim 0.3 \mu\text{m}$ のものが好ましく、またその添加量は $0.01 \sim 2.5$ 重量%（対ポリエステル）、更には $0.05 \sim 1.2$ 重量%（同）、特に $0.1 \sim 0.6$ 重量%（同）であることが好ましい。上述の平均粒径より大きくなり、また添加量が増大すると、フィルムの平坦性が失われ、磁気記録媒体用においては電磁変換特性が悪化するので好ましくない。また、上述の平均粒径より小さくなり、また添加量が少なくなると、フィルムは平坦にはなるが、良好なフィルム膜が得られ難いので好ましくない。上述の不活性固体粒子は2種以上を同時に使用することもできる。

本発明の二軸延伸ポリエステルフィルムは、

フィルム表面特性として、中心線表面粗さで表わされるフィルム表面粗さ R_a が $0.015 \mu\text{m}$ 以下であり、かつフィルム横方向に測定したフィルム表面粗さ R_{aTD} が縦方向に測定したフィルム表面粗さ R_{aMD} に対して $1.05 \sim 1.30$ 倍の範囲にある。後者の特性は、換言すれば、 $1.05 \leq R_{aTD}/R_{aMD} \leq 1.30$ で表わすことができる。このフィルム表面粗さ R_a が $0.015 \mu\text{m}$ より大きくなるとベースフィルムの表面が粗れすぎ、磁気記録媒体用途では磁性面を十分に平坦にできないため、電磁変換特性が悪化するので好ましくない。好ましい表面粗さ(R_a)は $0.010 \mu\text{m}$ 以下、特に $0.008 \mu\text{m}$ 以下である。表面粗さ(R_a)の下限は特に限定はされないが、通常表面粗さ(R_a)は $0.001 \mu\text{m}$ 以上であり、また $0.002 \mu\text{m}$ 以上である方が良好なフィルム膜を得る点から好ましい。

また縦方向の表面粗さ R_{aMD} と横方向の表面粗さ R_{aTD} との比 R_{aTD}/R_{aMD} が 1.05

より小さくなると、ベースフィルムをロールに巻き上げた際に瘤状の突起が生じ、巻き姿が悪くなるので好ましくない。 R_{STD}/R_{AMD} は1.07以上、さらには1.10以上であることが特に好ましい。しかし R_{STD}/R_{AMD} が1.30より大きくなると、ベースフィルムをロールに巻き上げる際に端面ずれが生じ、巻き姿が悪くなるので、好ましくない。この点からは R_{STD}/R_{AMD} が1.25以下、さらには1.20以下であることが好ましい。

更に、上記二軸延伸ポリエステルフィルムは、フィルム表面特性として、フィルム対フィルムの摩擦係数 μ_s が0.5以上であり、かつ横方向の摩擦係数 μ_{STD} が縦方向の摩擦係数 μ_{AMD} に対して0.80～0.98倍の範囲にあることが好ましい。この後者の特性は、換言すれば、縦方向の摩擦係数 μ_{AMD} と横方向の摩擦係数 μ_{STD} との比が $0.80 \leq \mu_{STD}/\mu_{AMD} \leq 0.98$ で表わされる。この比があま

りに小さくなると、ベースフィルムをロールに巻き上げる際に、横方向に滑りすぎ端面ずれが生じ、巻き姿が悪くなるので、好ましくない。一方、この比があまりに大きくなると、ベースフィルムをロールに巻き上げる際に瘤状の突起が生じ、巻き姿が悪くなるので好ましくない。この点から、 μ_{STD}/μ_{AMD} は、更には0.83以上、特に0.86以上であることが好ましく、また更には0.96以下、特に0.93以下であることが好ましい。また、 μ_{STD} 、 μ_{AMD} は共に0.50以上であることが好ましい。 μ_{STD} 、 μ_{AMD} が0.5より小さい場合には μ_{STD}/μ_{AMD} が0.98以下となると端面ずれを生じるので好ましくない。さらに好ましくは、 μ_{STD} 、 μ_{AMD} 共0.55以上、特に0.60以上であるのがよい。 μ_{STD} 、 μ_{AMD} の上限は特にはないが、通常は1.8以下であり、1.8より大きくなると μ_{STD}/μ_{AMD} が前記範囲であつても瘤状の突起を生じようになるので好ましくない。この意味

では、 μ_{STD} 、 μ_{AMD} は共に1.30以下、さらには0.98以下であることが特に好ましい。

本発明の二軸延伸ポリエステルフィルムは、上述したフィルム表面性を備えると同時に、縦方向のヤング率 Y_{MD} が600Kg/mm²以上であり、かつ横方向のヤング率 Y_{TD} との比(Y_{TD}/Y_{MD})が $0.45 \leq Y_{TD}/Y_{MD} \leq 0.75$ の範囲にある。この Y_{TD}/Y_{MD} が0.45より小さくなると、横方向のスタイフネスが縦方向のスタイフネスより小さくなりすぎるために、ベースフィルムを巻き上げる際に縦シワが発生し、好ましくない。従つて、 Y_{TD}/Y_{MD} は0.45以上、さらに好ましくは0.50以上、特に好ましくは0.55以上であることが望ましい。しかし、 Y_{TD}/Y_{MD} が0.75より大きくなると、上述の表面性を備えていてもベースフィルムを巻き上げる際に、瘤状の突起が生じて好ましくない。従つて、 Y_{TD}/Y_{MD} は0.75以下、さらに好ましくは0.70以下、特に好ましくは0.65以下であること

が望ましい。

一方、 Y_{TD}/Y_{MD} が前述の範囲であつても、 Y_{MD} が600Kg/mm²より小さくなると、やはり瘤状の突起が発生し易くなり、好ましくない。この点から、 Y_{MD} は600Kg/mm²以上、さらに好ましくは640Kg/mm²以上、特に好ましくは680Kg/mm²以上であることが望ましい。縦方向のヤング率 Y_{MD} の上限は特に限定はされないが、通常は1500Kg/mm²以下であり、1500Kg/mm²より大きくなると、後述の如く延伸性が悪くなり、またフィルムをロール状に巻き上げる際に縦方向の皺〔縦皺〕が発生しやすくなり好ましくない。この意味からは Y_{MD} は1500Kg/mm²以下、さらに好ましくは1200Kg/mm²以下、特に好ましくは900Kg/mm²以下であることが望ましい。

本発明の二軸延伸ポリエステルフィルムは、後述する縦方向の延伸方法以外は従来から習知された二軸延伸フィルムの製造法に順じて製造できる。例えば、固体微粒子を含有する

ポリエステルを溶融製膜して非晶質の未延伸フィルムとし、次いで該未延伸フィルムを二軸方向に延伸し、熱固定し必要であれば弛緩熱処理することによつて製造される。その際、フィルム表面特性は、固体微粒子の形状、粒径、量等によつて、また延伸条件によつて変化するので適宜選択する。例えば延伸温度は、1段目延伸温度(例えば縦方向延伸温度: T_1)が($T_g - 10$) ~ ($T_g + 45$)℃の範囲(但し、 T_g が($T_g - 10$) ~ ($T_g + 45$)℃の範囲(但し、 T_g : ポリエステルのガラス転移温度)から、2段目延伸温度(例えば横方向延伸温度: T_2)が($T_1 + 10$) ~ ($T_1 + 40$)℃の範囲から選択するとよい。また、延伸倍率は縦方向の延伸倍率が3.5以上、特に4倍以上でかつ面積倍率が1.2倍以上、特に1.4倍以上となる範囲から選択するとよい。更にまた、熱固定温度は180 ~ 250℃、更に200 ~ 230℃の範囲から選択するとよい。

ここで、“縦方向延伸速度”とは、縦方向延伸前のフィルム幅が1%減少する点を延伸開始点 S_1 とし、縦方向延伸後のフィルム幅と同一幅になる点を延伸終了点 S_2 とし、更に S_1 から S_2 までの距離を($S_2 - S_1$) mmとして、下記で示される速度である。

$$VMD(\%/秒) = XMD \times 100 \times \frac{V_1 \times 10^3}{(S_2 - S_1) \times 60}$$

式中 VMD: 縦方向延伸速度(% / 秒)

XMD: 縦方向延伸倍率(倍)

V_1 : 縦方向延伸前のフィルム速度
(m / 分)

$S_2 - S_1$: 縦方向延伸開始点から終了点
までの距離(mm)

このような縦方向延伸速度は、延伸前加熱ロールと延伸後冷却ロールとの間隙とフィルム速度とを調節することにより得られる。また赤外線ヒーターも併用する縦方向延伸法においては、赤外線ヒーターによる加熱長さによつても調節可能である。縦方向延伸が数段

本発明の二軸延伸ポリエステルフィルムを製造する上で、縦方向の延伸方法が重要である。すなわち、縦方向の延伸において、延伸速度が特定の範囲にあること、具体的には延伸速度が1500%/秒以上、40000%/秒以下にあることが好ましい。この延伸速度が小さすぎると、本発明の特徴であるフィルム縦方向と横方向との特性に異方性のあるフィルムが得られ難くなるので好ましくない。この点から、縦方向の延伸速度は1500%/秒以上、更に好ましくは2500%/秒以上、特に好ましくは4000%/秒以上であることが望ましい。しかし、この延伸速度が40000%/秒より大きくなると、変形速度が速過ぎるためか、延伸性が悪くなり、製造中に破断して、正常なフィルムが得られ難くなるので好ましくない。従つて、縦方向延伸速度は40000%/秒以下、さらに好ましくは30000%/秒以下、特に好ましくは20000%/秒以下であることが望ましい。

に分けて行なわれる場合には、その各々が上記範囲にある必要がある。

本発明の二軸延伸ポリエステルフィルムは、その厚みに特に限定されないが、フィルム厚みが薄くなるとさらに良好な巻姿が得られにくくなるので、フィルム厚みが薄い場合に特に有効である。この意味でフィルム厚みは80 μ 以下であることが好ましい。さらに好ましくは25 μ 以下、特に好ましくは15 μ 以下であることが望ましい。なお、フィルム厚みが2 μ より小さくなると、ステイフネスが小さくなりすぎ、巻き特性が変化してくるので、2 μ 以上が好ましい。

[実施例]

以下、実施例を掲げて本発明を更に説明する。

なお、本発明における種々の物性値および特性は以下の如くして測定されたものであり、且つ定義される。

(1) 不活性固体微粒子の平均粒径

島津製作所製 CP-50 型 Centrifugal Particle Size Analyser を用いて測定した。得られた遠心沈降曲線を基に算出した各粒径の粒子とその存在量との累積曲線から 50 マスパーセント (mass percent) に相当する粒径を読み取り、この値を上記平均粒径とした (Book「粒度測定技術」日刊工業新聞社発行、1975年、頁242~247参照)。

(2) フィルム表面粗さ (Ra)

JIS B 0601 に準じて測定した。東京精密社特製の触針式表面粗さ計 (SURFCOM 3B) を用いて、針の半径 2 μ 、荷重 0.07g の条件下にチャート (フィルム表面粗さ曲線) をかかせた。フィルム表面粗さ曲線からその中心線方向に測定長さ L の部分を抜き取り、この抜き取り部分の中心線を X 軸とし、縦倍率の方向を Y 軸として、粗さ曲線を $Y = f(x)$ で表わしたとき、次の式で与えられる値 (Ra: μ m) をフィルム表面粗さとして定義する。

$$Ra = \frac{1}{L} \int_0^L |f(x)| dx$$

本発明では、基準長を 0.25mm として 8 個測定し、値の大きい方から 3 個除いた 5 個の平均値として Ra を表わした。

なお、フィルムの縦方向に針を走査させた時の Ra を RaMD、横方向に走査させた場合を RaTD と表示した。

(3) 摩擦係数 (μ s)

東洋テスター社製の摩擦係数測定器を使用し、ASTM-D1894-63 に準ずる方法で荷重を 1kg の荷重を用いる点のみを変更して、静摩擦係数 μ s を測定した。

(4) ヤング率 (Y)

東洋ポールドウイン社製テンション UTM-1-500 型を使用し、23℃ 50% RH で測定した。

(5) 巻き姿

フィルムを幅 500mm、長さ 5000m のロールに巻き上げ、この巻き上げロールの

外観を詳細に検査し、1 級～5 級に格付けした。

端面ずれについては端面の幅方向のずれの距離により下記のように格付けした。

瘤状突起については、第 1 図に模式的に示すような瘤状の突起で長径 2mm 以上のものの個数を数え、下記のように格付けした。

評価項目 格付け	端面ずれ	瘤状突起
	(幅方向のずれの距離)	(2mm以上の突起の個数)
1 級	0.5mm未満	0 個
2 級	0.5mm～1.0mm未満	1～2 個
3 級	1.0mm～3.0mm未満	3～5 個
4 級(不合格)	3.0mm～8mm未満	6～10 個
5 級(不合格)	8mm以上	11 個以上

更に、縦皺についても下記の如く格付けした。

- 1 級 まつたくないもの
2 級 目ではかすかに波状凹凸が見られるが、指でさわつ

ても凹凸があることがわからないもの

- 3 級 目で波状凹凸が見られ、指でさわると波状凹凸があることがかすかにわかるが、指で軽く押すと凹凸がつぶれるもの (長さ 1/8 周以下)

- 4 級 (不合格) 指でさわると波状凹凸があることがわかり、指で押しても凹凸がつぶれ難いもの

- 5 級 (不合格) 指で押しても凹凸がつぶれ難い波状凹凸があるものでその長さがロール円周方向の 1/4 周以上あるもの

実施例 1

エチレングリコール (以下 EG と略称する) 85 重量部に、500℃における減量率が 1.0 重量%の炭酸カルシウム (平均粒径 0.4 μ m)

1.5重量部を添加した後、混合撹拌を行ないスラリーを得た。該スラリーのフィルターによる濾上物は800 ppmであつた。

次に、ジメチルテレフタレート100重量部とEG70重量物を酢酸マンガソ・4水和物0.035重量部を触媒として常法通りエステル交換をせしめた後上記で得られた炭酸カルシウム（濃度：0.2重量部対ポリマー）を撹拌下添加した。続いてリン酸トリメチル0.03重量部、三酸化アンチモン0.03重量部を添加した後高温真空中で常法通り重縮合反応を行い、極限粘度0.620のポリエチレンテレフタレートペレットを得た。

更に得られたポリエチレンテレフタレート（以下PETと略称）ペレットを170℃、3時間乾燥後押出機ホッパーに供給し熔融温度280～300℃で熔融し、この熔融ポリマーを1mmのスリット状ダイを通して表面仕上げ0.38程度、表面温度20℃の回転冷却ドラム上に成形押出し200μmの未延伸フィルムを得た。

は酸化チタン（平均粒径0.3μm）を所定量使用する以外は、実施例1と同様の方法で二軸延伸ポリエステルフィルムを得た。

その結果は表-1、実施例2、実施例3の通りであつた。これらフィルムを巻き上げたローンは端面ずれ、瘤状突起、縦しわ共に良好であつた。

このようにして得られた未延伸フィルムを75℃にて加熱し、低、高速のロール表面速度により4.8倍延伸し、急冷した。この時の延伸速度は8000多/秒であつた。この縦方向延伸後のフィルムを更にスタンターに供給し、105℃にて横方向に3.5倍に延伸した。得られた二軸延伸フィルムを205℃の温度で5秒間熱固定を実施し、更に二軸延伸熱固定フィルムを120℃に再加熱し0.5多の弛緩率（加熱ロールと冷却ロール間の速度差）にて縦方向に弛緩せしめ、得られたフィルムの各特性測定を実施した。その結果は表-1、実施例1の通りであつた。

フィルムを巻きあげたロールの外観を検査した結果、端面ずれ、瘤状突起、縦しわのいずれも良好であつた。

実施例2～3

不活性固体微粒子として、炭酸カルシウムの代わりにシリカ（平均粒径0.2μm）、あるいは

表 - 1

項 目		実 施 例 1	実 施 例 2	実 施 例 3
添 加 物	粒子種	炭酸カルシウム	シリカ	酸化チタン
	平均粒径 (μm)	0.4	0.2	0.3 μ
	添加量 (wt%)	0.2	0.3	0.2
製 膜 条 件	縦延伸倍率 (倍)	4.8	4.8	4.8
	速度 (m/秒)	8000	8000	8000
	縦延伸温度 ($^{\circ}C$)	75	75	75
	横延伸倍率 (倍)	3.5	3.5	3.5
	横延伸温度 ($^{\circ}C$)	105	105	105
二 軸 延 伸 フ ィ ル ム の 特 性	表面粗さ R_{aMD} (μm)	0.0073	0.0065	0.0067
	" R_{aTD} (")	0.0083	0.0073	0.0076
	摩擦係数 μ_{sMD}	0.72	0.91	0.84
	" μ_{sTD}	0.63	0.83	0.75
	ヤング率 Y_{MD} (kg/md)	720	720	720
	" Y_{TD} (")	450	450	450
	巻取：端面ずれ	2	1	1
	瘤状突起	1	2	2
	縦しわ	2	2	2

実施例 4 ~ 6, 比較例 1 ~ 2

不活性固体微粒子として炭酸カルシウム(平均粒径 $0.2 \mu m$) を 0.1 重量% (対ポリマー) 使用する点と、縦方向の延伸速度を変更する点の他は実施例 1 と同様の方法で二軸延伸ポリエステルフィルムを得た。その際、縦方向の延伸速度は加熱ロールと冷却ロールとの間隙を変更することにより調節した。

その結果は表 - 2 の通りであつた。

表 - 2

項 目		比較例 1	実施例 4	実施例 5	実施例 6	比較例 2
添 加 物	粒子種	炭酸カルシウム	／	／	／	／
	平均粒径 (μm)	0.4	／	／	／	／
	添加量 (wt%)	0.1	／	／	／	／
製 膜 条 件	縦延伸倍率 (倍)	4.8	／	／	／	／
	縦延伸速度 (%/秒)	500	2000	5000	25000	50000
	縦延伸温度 ($^{\circ}C$)	75	／	／	／	／
	横延伸倍率 (倍)	3.5	／	／	／	／
	横延伸温度 ($^{\circ}C$)	105	／	／	／	／
二 軸 延 伸 フ ィ ル ム の 特 性	表面粗さ R_{aMD} (μm)	0.0065	0.0063	0.0062	0.0058	0.0055
	／ R_{nTD} ()	0.0066	0.0067	0.0069	0.0071	0.0073
	摩擦係数 μ_{BMD}	0.95	0.94	0.90	0.85	0.81
	／ μ_{nTD}	0.95	0.97	0.98	1.0	1.04
	ヤング率 Y_{MD} (Kg/mm^2)	715	720	720	725	730
	／ Y_{TD} ()	455	455	450	450	445
	巻姿：端面ずれ	1	2	2	3	4
瘤状突起		4	3	2	1	1
縦しわ		2	2	2	2	2

4. 図面の簡単な説明

第1図はフィルムの表面性の異方性が少ないフィルムをロールに巻き上げた時に発生する瘤状突起を模式的に示す図である。

第 1 図

特許出願人 帝人株式会社

代理人 弁理士 前田純博

